

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-302702

(43)Date of publication of application : 18.10.2002

(51)Int.Cl.

B22F 9/04  
B02C 13/04  
B02C 13/13  
B02C 13/28  
B02C 13/282  
B22F 1/00  
B22F 3/00  
C22C 38/00  
H01F 41/02

(21)Application number : 2001-105508

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS  
CO LTD

(22)Date of filing : 04.04.2001

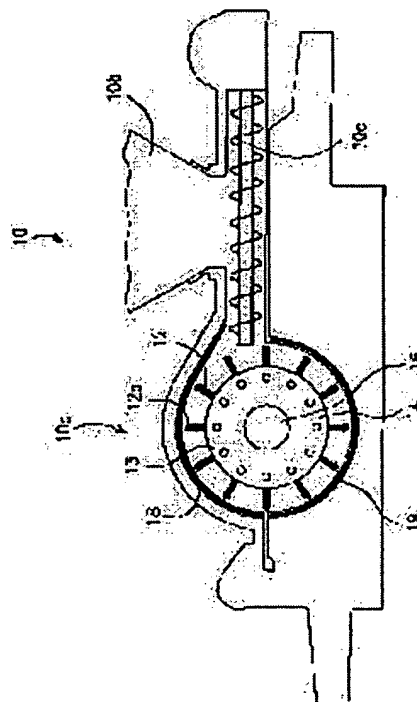
(72)Inventor : SHIGEMOTO YASUTAKA  
KANEKIYO HIROKAZU  
HIROZAWA SATORU

(54) METHOD FOR MANUFACTURING POWDER OF MAGNETIC IRON ALLOY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To pulverize magnetic iron alloy by the use of a hammer mill without changing the particle size distribution with time.

SOLUTION: Hammers 12 inside the hammer mill device 10 are formed of hard metal material, such as tungsten carbide, to suppress the wear of the hammers 12. It is desirable to use Re-Fe-B alloy prepared by splat cooling as the iron-base magnetic material and it is also desirable that FSSS average particle size ranges from 10 to 100  $\mu\text{m}$ . The resultant powder is used mainly for sintered magnets and bonded magnets and also applicable to the manufacture of other members.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-302702

(P2002-302702A)

(43) 公開日 平成14年10月18日 (2002. 10. 18)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
B 2 2 F	9/04	B 2 2 F 9/04	E 4 D 0 6 5
			C 4 K 0 1 7
B 0 2 C	13/04	B 0 2 C 13/04	4 K 0 1 8
	13/13	13/13	5 E 0 6 2
	13/28	13/28	A

審査請求 未請求 請求項の数19 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2001-105508(P2001-105508)

(22) 出願日 平成13年4月4日 (2001. 4. 4)

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 重本 恭孝

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 金清 裕和

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 100101683

弁理士 奥田 誠司

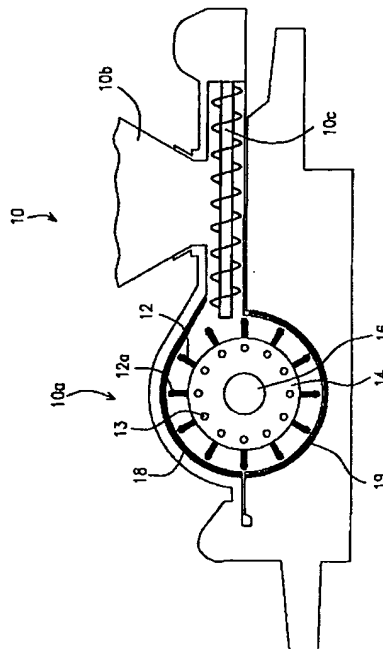
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 鉄基磁性材料合金粉末の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 粉末の粒度分布が経時的にシフトすることなく、ハンマーミル装置を用いて適切に鉄基磁性材料合金を粉砕する。

【解決手段】 ハンマーミル装置10の内部において、ハンマー12をタングステンカーバイドなどの超硬合金材料から形成することによってハンマー12の磨耗を抑制する。鉄基磁性材料は超急冷法により製造されるR-Fe-B合金が望ましく、また、FSSS平均粒度が10から100 $\mu$ mであることが望ましい。得られた粉末は主として焼結磁石やボンド磁石として使用されるが、その他の部材の製造にも適用可能である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 50質量%以上の鉄を含有する鉄基磁性材料合金を用意する工程と、

前記鉄基磁性材料合金と接触する部分の少なくとも一部が超硬合金材料から形成されているハンマーミル装置を用いて、前記鉄基磁性材料合金を粉砕する工程と、を包含する鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項2】 前記鉄基磁性材料合金は、ナノ結晶磁性材料である請求項1に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項3】 前記鉄基磁性材料合金は、鉄基ホウ化物を含む請求項1に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項4】 前記超硬合金材料がタングステンカーバイドである請求項1から3のいずれかに記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項5】 前記ハンマーミル装置を用いて前記鉄基磁性材料合金を粉砕する工程によって、平均粒径がFSSS粒度で $10\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の鉄基磁性材料合金粉末を生成する請求項1から4のいずれかに記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項6】 前記鉄基磁性材料合金を用意する工程は、原料合金の溶湯を形成する工程と、前記原料合金の溶湯を急速に冷却し、急冷凝固合金を形成する工程とを包含する請求項5に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項7】 前記溶湯を急速に冷却するときの冷却速度が $10^2\text{ }^\circ\text{C}/\text{秒}\sim 10^4\text{ }^\circ\text{C}/\text{秒}$ である請求項6に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項8】 前記鉄基磁性材料合金は、Fe-R-B系（Feは鉄、Bはボロン、Rは希土類元素）合金である請求項6に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項9】 前記鉄基磁性材料合金は、ナノコンポジット磁石用合金である請求項8に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項10】 前記ハンマーミル装置は、回転軸に接続された複数のハンマーと、前記複数のハンマーを収容する粉砕室とを備えており、前記ハンマーの少なくとも一部が超硬合金材料から形成されていることを特徴とする請求項1に記載の鉄磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項11】 前記ハンマーの周囲において、前記粉砕室には、表面に凹凸を有するライニング材が設けられており、前記ライニング材の少なくとも一部は超硬合金材料から形成されている請求項10に記載の鉄磁性材料合金粉末の製造方法。

【請求項12】 請求項1に記載の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法によって作製された鉄基磁性材料合金粉末を用いて磁性材料部品を形成することを特徴とする磁性

材料部品の製造方法。

【請求項13】 前記磁性材料部品が永久磁石である請求項12に記載の磁性材料部品の製造方法。

【請求項14】 Fe-R-B系合金の溶湯を急冷法によって冷却し、それによって、厚さ $80\mu\text{m}$ 以上 $300\mu\text{m}$ 以下の急冷凝固合金を形成する冷却工程と、熱処理によって前記急冷凝固合金を結晶化し、永久磁石特性を有する合金を生成する工程と、

前記合金と接触する部分の少なくとも一部が超硬合金材料から形成されているハンマーミル装置を用いて前記合金を粉砕し、それによって平均粒径がFSSS粒度で $10\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の粉末を形成する工程と、を包含する鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項15】 前記熱処理の前に前記急冷凝固合金を粗粉砕する工程を更に包含する請求項14に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項16】 前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、非晶質相、 $\text{Fe}_2\text{B}$ 相、 $\text{Fe}_3\text{B}$ 相、および $\text{R}_2\text{Fe}_{11}\text{B}_{13}$ 相からなる群から選択された少なくとも一つの準安定相と、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相とが混在する組織から構成されている請求項14または15に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項17】 前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、非晶質組織から構成されている請求項14または15に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項18】 前記永久磁石特性を有する合金は、 $\text{Fe}_{100-x-y}\text{R}_x\text{B}_y$ （Feは鉄、Rは希土類元素、Bはボロン）の組成式で表され、

前記組成式中のxおよびyが、

2原子% $\leq x \leq 11$ 原子%、および $10$ 原子% $\leq y \leq 20$ 原子%の関係を満足し、かつ構成相として、Fe、FeとBの合金、および $\text{R}_2\text{Fe}_{11}\text{B}$ 型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径がFSSS粒度で $100\text{nm}$ 以下である請求項14に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法。

【請求項19】 請求項14に記載の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法によって製造された前記鉄基合金永久磁石粉末を用意する工程と、前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する工程とを包含するボンド磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、50質量%以上の鉄を含有する鉄基磁性材料合金の粉末を製造する方法、および、その粉末を用いて磁性材料部品を製造する方法に関する。鉄基磁性材料合金としては、ハード磁性材料合金のみならず、ソフト磁性材料合金や、ハード磁性相とソフト磁性相とが結合したナノコンポジット磁石などが含まれる。また、磁性材料部品には、焼結磁石やボンド磁石などの永久磁石のみならず、磁気シールド部材なども広く含まれる。

【0002】

【従来の技術】従来、磁性材料合金を粉砕するためには、ジェットミル装置、パワーミル装置、ボールミル装置などの粉砕機が広く使用されてきた。しかしながら、ジェットミル装置によれば、粒径が100 $\mu$ m程度の比較的大きな粒子からなる粉末を生成することはできないし、パワーミル装置やボールミル装置などによれば、単一の正規分布を示す粒度が得られない。このため、磁性材料合金を粉砕して平均粒径が10 $\mu$ m以上100 $\mu$ m以下の粉末を生成するためには、ピンディスクミル装置等

【0003】また、上記以外の粉砕機としては、衝撃粉砕機の一つであるハンマーミル装置が知られており、粉末冶金の分野等で使用されている。ハンマーミル装置としては、例えば、株式会社ダルトン製のアトマイザU-15型が挙げられる。このハンマーミル装置では、表面に凹凸を有するライニング材（内張り材）によって覆われた粉砕室の内部において、回転円板に対してスイング可能に接続された複数のハンマーが設けられており、円板を高速回転させることでハンマーが粉砕室内を高速に回転する。被粉砕物は、ハンマーとライニングとの隙間等において、打撃を受けたり、擦られたり、押し潰されたりすることによって粉砕される。なお、ハンマーやライニングは、例えばオーステナイト系ステンレス鋼（例えば、JIS SUS304等）から形成されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来、このようなハンマーミル装置を用いて特定の材料から形成される磁性材料合金を粉砕することについて特に報告された例はない。また、ハンマーミル装置で磁性材料合金を粉砕したときに、磁石作製に適した粒度分布を有する合金粉末が得られるのかどうかも知られていなかった。磁性材料合金は典型的には鉄を多く含有しているが、このような合金から適切な磁石用合金粉末を作製するためには、合金を非常に細かく粉砕するとともに、粒度分布が所定の分布となるように粉砕することが必要である。磁石の作製においては、合金粉末の粒度分布が最終的な磁石特性に非常に大きな影響を与えるため、所定の粒度分布を有する合金粉末を作製することが非常に重要である。

【0005】これに対し、本願発明者は、ハンマーミル装置を用いて50質量%以上の鉄を含有する鉄磁性材料合金を粉砕した場合において、磁石用粉末として適切な粒度分布を有する合金粉末を作製することができることを見出した。例えば、ナノコンポジット磁石を作製するために適切に用いられる鉄磁性材料合金（鉄の含有率が約70質量%）をハンマーミル装置を用いて粉砕したところ、磁石作製に適した、粒度が10 $\mu$ mから100 $\mu$ mの合金粉末を得ることができた。

【0006】さらに、本願発明者の実験によれば、ハン

マーミル装置を用いて、上述のような鉄磁性材料合金を粉砕しようとする、粉砕工程中にハンマーやライニングが短期間で磨耗し、粉砕によって得られた粉末の粒度分布が経時的に変化することがわかった。特に、ナノコンポジット磁石に含まれる金属間化合物およびFe<sub>2</sub>B<sub>3</sub>等のホウ化物相は硬度が高いため、粉砕機の粉砕物接触部、特にハンマーやライニングなどを著しく磨耗させる。これにより、ハンマーとライニングとのギャップが変化することなどによって、粒度分布の経時的なシフトが顕著に生じる。このような粒度分布のシフトは、特に磁石などに代表される磁性材料部品の製造に用いる場合、磁性材料部品の磁気特性を劣化させるため、好ましくない。例えば、平均粒径が大きくなる方向に粒度分布が変化すると、射出成形または圧縮成形における磁粉充填率が低下するおそれがある。また、そのような粒度分布の変化を防止するためには、ハンマーやライニングなどの部品を頻繁に交換することが必要になり、スループットが低下するとともに、交換作業に要する人件費のために製造コストが増大してしまうことになる。

【0007】本発明はかかる諸点を鑑みてなされたものであり、その主な目的は、ハンマーミル装置を用いて鉄磁性材料合金を粉砕しても、ハンマーやライニング等が短期間で磨耗せず、粉末の粒度が経時的に変化しにくい鉄磁性材料合金粉末の製造方法を提供することにある。

【0008】また、本発明の他の目的は、そのような鉄磁性材料合金粉末の製造方法を用いてボンド磁石などの磁性材料部品を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明の鉄磁性材料合金粉末の製造方法は、50質量%以上の鉄を含有する鉄磁性材料合金を用意する工程と、前記鉄磁性材料合金と接触する部分の少なくとも一部が超硬合金材料から形成されているハンマーミル装置を用いて、前記鉄磁性材料合金を粉砕する工程とを包含する。

【0010】好ましい実施形態において、前記鉄磁性材料合金は、ナノ結晶磁性材料である。

【0011】好ましい実施形態において、前記鉄磁性材料合金は、鉄基ホウ化物を含む。

【0012】好ましい実施形態において、前記超硬合金材料がタングステンカーバイドである。

【0013】好ましい実施形態において、前記ハンマーミル装置を用いて前記鉄磁性材料合金を粉砕する工程によって、平均粒径がFSSS粒度で10 $\mu$ m以上100 $\mu$ m以下の鉄磁性材料合金粉末を生成する。

【0014】好ましい実施形態において、前記鉄磁性材料合金を用意する工程は、原料合金の溶湯を形成する工程と、前記原料合金の溶湯を急速に冷却し、急冷凝固合金を形成する工程とを包含する。

【0015】好ましい実施形態において、前記溶湯を急

速に冷却するときの冷却速度が $10^3$ °C/秒 $\sim$  $10^5$ °C/秒である。

【0016】好ましい実施形態において、前記鉄基磁性材料合金は、Fe-R-B系（Feは鉄、Bはボロン、Rは希土類元素）合金である。

【0017】好ましい実施形態において、前記鉄基磁性材料合金は、ナノコンポジット磁石用合金である。

【0018】好ましい実施形態において、前記ハンマーミル装置は、回転軸に接続された複数のハンマーと、前記複数のハンマーを収容する粉碎室とを備えており、前記ハンマーの少なくとも一部が超硬合金材料から形成されていることを特徴とする。

【0019】好ましい実施形態において、前記ハンマーの周囲において、前記粉碎室には、表面に凹凸を有するライニング材が設けられており、前記ライニング材の少なくとも一部は超硬合金材料から形成されている。

【0020】好ましい実施形態において、前記粉碎室の内壁の少なくとも一部において、凹凸を有するライニング材が設けられており、前記ライニング材の少なくとも一部は超硬合金材料から形成されている。

【0021】本発明による磁性材料部品の製造方法は、上記の鉄基磁性材料合金粉末の製造方法によって作製された鉄基磁性材料合金粉末を用いて磁性材料部品を形成することを特徴とする。

【0022】好ましい実施形態において、前記磁性材料部品が永久磁石である。

【0023】本発明の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法は、Fe-R-B系合金の溶湯を急冷法によって冷却し、それによって、厚さ $80\mu\text{m}$ 以上 $300\mu\text{m}$ 以下の急冷凝固合金を形成する冷却工程と、熱処理によって前記急冷凝固合金を結晶化し、永久磁石特性を有する合金を生成する工程と、前記合金と接触する部分の少なくとも一部が超硬合金材料から形成されているハンマーミル装置を用いて前記合金を粉砕し、それによって平均粒径がFSSS粒度で $10\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の粉末を形成する工程とを包含する。

【0024】好ましい実施形態において、前記熱処理の前に前記急冷凝固合金を粗粉砕する工程を更に包含する。

【0025】好ましい実施形態において、前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、非晶質相、 $\text{Fe}_{23}\text{B}$ 相、 $\text{Fe}_3\text{B}$ 相、および $\text{R}_2\text{Fe}_{13}\text{B}$ 相からなる群から選択された少なくとも一つの準安定相と、 $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 相とが混在する組織から構成されている。

【0026】好ましい実施形態において、前記急冷凝固合金は、前記熱処理の前において、非晶質組織から構成されている。

【0027】好ましい実施形態において、前記永久磁石特性を有する合金は、 $\text{Fe}_{100-x-y}\text{R}_x\text{B}_y$ （Feは鉄、Rは希土類元素、Bはボロン）の組成式で表され、前記

組成式中のxおよびyが、 $2\text{原子}\% \leq x \leq 11\text{原子}\%$ 、および $10\text{原子}\% \leq y \leq 20\text{原子}\%$ の関係を満足し、かつ、構成相として、Fe、FeとBの合金、および $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 型結晶構造を有する化合物を含み、各構成相の平均結晶粒径がFSSS粒度で $100\text{nm}$ 以下である。

【0028】本発明のボンド磁石の製造方法は、上記の鉄基合金永久磁石粉末の製造方法によって製造された前記鉄基合金永久磁石粉末を用意する工程と、前記鉄基合金永久磁石粉末を成形する工程とを包含する。

【0029】

【発明の実施の形態】本発明では、50質量%以上の鉄を包含する鉄基磁性材料合金を形成した後、鉄基磁性材料合金と接触する部分の少なくとも一部が超硬合金材料（好ましくはタングステンカーバイド焼結体）から形成されているハンマーミル装置を用いて鉄基磁性材料合金を粉砕する。

【0030】本願発明者は、ハンマーミル装置の粉碎室内で、被粉碎物と衝突・接触する部分（例えばハンマーやライニング）を超硬合金材料から構成した場合、鉄を50質量%以上も含有するような粘りのある鉄基磁性材料合金を粉砕しても、ハンマーやライニングなどの磨耗が生じにくく、粉碎粉の粒度分布を所望の分布に維持することができることを見出した。

【0031】以下、本発明の実施形態を説明する。

【0032】[ハンマーミル装置]図1および図2は、本実施形態で使用するハンマーミル装置の一例を示す。図1はハンマーミル装置の全体構成を示す断面図であり、図2は、図1に示すハンマーミル装置の粉碎部を拡大して示す斜視図である。図1に示すように、ハンマーミル装置10は、原料を投入するためのホッパ（投入口）10bと、原料を粉砕するための粉碎室10aと、ホッパ10bから粉碎室10aへと原料を運ぶフィーダ10cとから構成されている。なお、フィーダ10cとしては、スクリー式フィーダが用いられている。

【0033】また、図1および図2に示すように、ハンマーミル装置10の粉碎室10aの内部には、回転軸16に固定された一対の円板14によって保持される複数のハンマー12が収容されている。本実施形態では、ハンマーミル装置10は12本の「コ」字型ハンマー12を有している。ただし、図2には12本のハンマー12のうち、2本のハンマーのみが示されている。

【0034】ハンマー12の腕部は、一対の円板14間において、円板間を延び且つ円板の外周付近において固定された軸13に対して回動可能に接続されている。このようにして、ハンマー12はスイング可能な状態で円板14に取り付けられる。なお、軸13は、円板14における同一円周上に等間隔で設けられており、これによって、ハンマー12は回転軸16に対して対称的に配置されている。

【0035】また、粉碎室10aには、内壁の上部を覆

うライニング18が設けられており、このライニング18の表面には凹凸（例えば、インボリュート型の凹凸）が形成されている。一方、粉碎室10aの下部は、スクリーン（網状部材）19を介して装置の外部に通じており、粉碎粉は、スクリーン19によって篩い分けされた後に、装置外部に排出される。

【0036】ハンマーミル装置10には、回転軸16に対して回転動力を加えるための駆動装置（不図示）が設けられており、一對の円板14を高速（4000～8000rpm）で回転させることができる。これにより、円板の外周部に取り付けられたハンマー12も軸16の回りを高速に円運動する。ハンマー12は回転中において、外側に向かう遠心力を受けるため、ハンマーの遠位端12aとライニング18との間隔が最小となる。回転中のハンマー12と、粉碎室内壁に配置されたライニング5との隙間は好ましくは0.5mm程度に設定される。ただし、この隙間は、被粉碎物の材料や、得るべき粉碎粉の粒度分布などに応じて適宜変更され得る。

【0037】このようなハンマーミル装置10において、粉碎されるべき被粉碎物は、ホッパー10bから装置内に投入され、スクリーフィーダー10cによって粉碎室10aに送られる。粉碎室10aに送られた被粉碎物は、高速円運動で大きな運動エネルギーをもったハンマー12によってなぐられたり、切られたり、また、粉碎室内壁に配置されたライニング18とハンマー12との隙間中で、擦られたり、押し潰されたりすることによって、粉碎される。上述のようにハンマー12はスイング可能であるために、ムチのようなしなりの衝撃を非粉碎物に効率よく伝えることができる。このような粉碎によって生成された粉末は、スクリーン19を介して装置下部へ排出される。

【0038】本実施形態のハンマーミル装置10において、ハンマー12を支持する円板14や回転軸16は、ステンレス鋼などから形成されているが、ハンマー12やライニング18はタングステンカーバイド（WC）焼結体等の超硬合金材料から形成されている。超硬合金材料としてはWC以外にも、TiC、MoC、NbC、TaC、Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>等を好適に用いることができる。これらの超硬合金は、IVa、Va、およびVla族に属する金属の炭化物粉末をFe、Co、Ni、Mo、Cu、Pb、もしくはSnまたはこれらの合金を用いて結合した焼結体である。

【0039】ハンマー12やライニング18の全体を超硬合金材料から形成する代わりに、ハンマー12やライニング18の表面だけを超硬合金で覆うようにしても良い。また、ハンマー12やライニング18以外で被粉碎物と接触する部分（例えば円板14や軸16）を超硬合金から形成してもよい。ただし、ハンマー12が最も磨耗しやすく、次いでライニング18が他の粉末接触部に比べて磨耗が著しい部分であるため、少なくともハンマ

ー12およびライニング18の表面または全体を超硬合金から形成することが好ましい。

【0040】以下、本発明による鉄基磁性材料合金粉末の製造方法について、その好ましい実施形態を詳細に説明する。

【0041】本実施形態では、鉄基磁性材料合金の一例としてFe-R-B合金系のナノコンポジット磁石合金を用いて、その粉末を製造する場合を説明する。ナノコンポジット磁石合金は、Fe<sub>2</sub>BやFe<sub>3</sub>B<sub>2</sub>等のソフト磁性相である鉄基ホウ化物の微結晶とハード磁性相であるR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相の微結晶とが同一金属組織内において均一に分布し、両者が交換相互作用によって磁氣的に結合した鉄基合金永久磁石である。

【0042】このようなナノコンポジット磁石合金は、T<sub>1-x-y-z</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub>（TはFeまたはFeの一部をCoなどで置換した遷移金属元素、Rは希土類元素であって、好ましくはPr、Nd、Dy、およびTbからなる群から選択された少なくとも1種の希土類元素）の組成式で表される合金（2原子%≤x≤11原子%、および10原子%≤y≤20原子%）の溶湯を急冷法によって凝固させた後、適切な熱処理を施すことによって作製される。B（ホウ素）の一部はC（炭素）によって置換されていても良い。また、磁気特性を向上させるための添加物が含まれていても良く、添加物としては、Ti、V、Cr、Zr、Nb、Mo、Hf、Ta、Wの少なくとも一種を用いることができる。ただし、合金はFeを50質量%以上含んでいる必要がある。本明細書では、上記のような種々の組成を有し得る合金をFe-R-B系合金と呼んでいる。

【0043】急冷法として、単ロール法を用いる場合、回転する冷却ロールの表面に原料合金溶湯を接触させることによってこれを凝固させる。この方法による場合、急冷合金の形状は冷却ロールの周速度方向に沿って薄帯（リボン）状に伸びたものとなる。このようにして作製した急冷合金薄帯は、熱処理によって永久磁石特性が付与される。熱処理後は、構成相として、Fe、FeとBの合金、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>Bなどを含み、各構成相の平均結晶粒径が100nm以下とすることが好ましい。このあと、平均粒径が300μm以下になるように粉碎され、磁石粉末となる。この磁石粉末は、例えば圧縮成形や射出成形によって所望形状を持つ永久磁石体を構成することになる。

【0044】〔急冷装置〕本実施形態では、例えば図3に示すメルトスピニング装置を用いて原料合金を製造する。酸化しやすい希土類元素を含む原料合金の酸化を防ぐため、不活性ガス雰囲気中で合金製造工程を実行する。不活性ガスとしては、ヘリウムまたはアルゴン等の希ガスをを用いることが好ましい。なお、窒素は希土類元素と反応しやすいため、不活性ガスとして用いることは好ましくない。

【0045】図3の装置は、真空または不活性ガス雰囲気保持し、その圧力を調整することが可能な原料合金の溶解室1および急冷室2を備えている。

【0046】溶解室1は、所望の磁石合金組成になるように配合された原料20を高温にて溶解する溶解炉3と、底部に出湯ノズル5を有する貯湯容器4と、大気の進入を抑制しつつ配合原料を溶解炉3内に供給するための配合原料供給装置8とを備えている。貯湯容器4は、原料合金の溶湯21を貯え、その出湯温度を所定のレベルに維持できる加熱装置（不図示）を有している。

【0047】急冷室2は、出湯ノズル5から出た溶湯21を急冷凝固するための回転冷却ロール7を備えている。

【0048】この装置においては、溶解室1および急冷室2内の雰囲気およびその圧力が所定の範囲に制御される。そのために、雰囲気ガス供給口1b、2b、および8bとガス排気口1a、2a、および8aとが装置の適切な箇所に設けられている。特にガス排気口2aは、急冷室2内の絶対圧を真空〜50kPaの範囲内に制御するため、ポンプに接続されている。

【0049】溶解炉3は傾動可能であり、ルート6を介して溶湯21を貯湯容器4内に適宜注ぎ込む。溶湯21は貯湯容器4内において不図示の加熱装置によって加熱される。

【0050】貯湯容器4の出湯ノズル5は、溶解室1と急冷室2との隔壁に配置され、貯湯容器4内の溶湯21を下方に位置する冷却ロール7の表面に流下させる。出湯ノズル5のオリフィス径は、例えば、0.5〜2.0mmである。溶湯21の粘性が大きい場合、溶湯21は出湯ノズル5内を流れにくくなるが、本実施形態では急冷室2を溶解室1よりも低い圧力状態に保持するため、溶解室1と急冷室2との間に圧力差が形成され、溶湯21の出湯がスムーズに実行される。

【0051】冷却ロール7は、Cu、Fe、またはCuやFeを含む合金から形成することが好ましい。CuやFe以外の材料で冷却ロールを作製すると、急冷合金の冷却ロールに対する剥離性が悪くなるため、急冷合金がロールに巻き付くおそれがあり好ましくない。冷却ロール7の直径は例えば300〜500mmである。冷却ロール7内に設けた水冷装置の水冷能力は、単位時間あたりの凝固潜熱と出湯量とに応じて算出し、調節される。

【0052】図3に示す装置によれば、例えば合計20kgの原料合金を15〜30分間で急冷凝固させることができる。こうして形成した急冷合金は、厚さ：80μm〜300μm、幅：2mm〜6mmの合金薄帯（合金リボン）22である。

【0053】なお、図示する装置のように出湯ノズル5を用いることなく、溶湯の溜まりから板状（または皿状）の案内部材（シュート）を用いて合金溶湯を急冷ロール上に供給するストリップキャスト装置を用い

て急冷合金を作製してもよい。この場合、合金溶湯は、回転するロールに引き上げられるようにしてロール上を移動し、この過程において急冷される。このようなストリップキャスト装置を用いれば、製造効率を向上させることが可能になる。

【0054】〔急冷法〕まず、前述の組成式で表現される原料合金の溶湯21を作製し、図3の溶解室1の貯湯容器4に貯える。次に、この溶湯21は出湯ノズル5から減圧Ar雰囲気中の水冷ロール7上に出湯され、水冷ロール7との接触によって急冷され、凝固する。急冷凝固方法としては、冷却速度の高精度の制御が可能な方法を用いることが好ましい。

【0055】なお、急冷室2内の雰囲気は減圧状態にする。雰囲気は、絶対圧力が50kPa以下の不活性ガスから構成することが好ましい。なお、雰囲気ガスの圧力が50kPaを超える場合は、回転ロールと合金溶湯との間に雰囲気ガスが巻き込まれることの影響が顕著になるため、均一な組織が得られないおそれが強まるので好ましくない。

【0056】本実施形態では、ロール表面速度を1m/秒以上13m/秒以下の範囲内に調節することによって急冷合金薄帯の厚さを80μm以上300μm以下の範囲に設定している。ロール表面周速度が1m/秒未満では、平均結晶粒径が大きくなりすぎる。一方、ロール表面周速度が13m/秒を超えると、急冷合金薄帯の厚さが70μmを下回り、後述するハンマーミル装置を用いた粉碎工程で長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比（単軸／長軸）が0.3未満の粉末が形成されることになる。短軸／長軸比が0.3μmを下回ると、成形時における充填性や流動性が低下し、磁粉充填率が低下してしまう傾向がある。

【0057】なお、以上のような急冷法を用いて急冷合金を作製する場合において、急冷速度は、10<sup>2</sup>℃/秒〜10<sup>5</sup>℃/秒に設定されることが望ましい。

【0058】〔結晶化熱処理〕本実施形態の場合、急冷工程を行った後、急冷合金に対して結晶化熱処理を行うことによって平均結晶粒径が100nm以下である微結晶を生成する。この熱処理は、400℃〜700℃、より好ましくは500℃〜700℃の温度で30秒以上加熱することが好ましい。熱処理温度が700℃を超えると、粒成長が著しく、磁石特性が劣化する。逆に、熱処理温度が400℃未満では、R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B相が析出しないため、高い保磁力が得られない。

【0059】上記の条件で熱処理を行えば、微結晶（鉄、鉄とホウ素の合金（すなわち鉄基ホウ化物）、およびR<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B型結晶構造を有する化合物）をその平均結晶粒径が100nm以下になるように形成することができる。好ましい熱処理時間は熱処理温度に依存して異なり得るが、例えば600℃で熱処理する場合、30秒〜30分程度の加熱を行うことが好ましい。熱処理時



間が30秒を下回ると、結晶化が完了しない場合がある。

【0060】なお、熱処理を行う前には、粗粉碎工程を行い、平均粒径100~1000 $\mu$ m程度の粉末状態にしておくことが好ましい。ここでいう平均粒径は、質量中位径(メジアン径)を指す。

【0061】[粉碎工程]本実施形態では、上記の方法で粗粉碎された粉碎粉を、図1および図2に示すハンマーミル装置10を用いてさらに粉碎する。このようなハンマーミル装置10によれば、平均粒径が例えば10 $\mu$ m以上100 $\mu$ m以下の粉末が作製される。本実施形態では、長軸方向サイズに対する短軸方向サイズの比(単軸/長軸)が0.3以上1.0以下の粉末粒子が得られる。

【0062】本実施形態によれば、大量の粉碎処理を行ってもハンマーやライニングなどの磨耗が生じにくい。ハンマーやライニングが磨耗すると、ハンマーとライニングのギャップが広がって粒子がすり抜けていきやすくなったり、ハンマーの体積が減少することによってハンマーと被粉碎物との衝突頻度が低下したりする。その結果、得られる合金粉末の粒度分布は、平均粒径が大きくなる方向にシフトする。このことは、粉末が磁石などの磁性材料から構成されている場合、磁気特性を大きく低下させることにつながる。しかし、本実施形態によれば、ハンマーやライニングなどの耐磨耗性が向上されているため、得られる磁石合金粉末の粒度分布が経時的に変化しにくく、最終的に磁気特性に優れた磁性材料部品が得られることになる。

【0063】[磁石体の製造方法]前述のようにして得られた磁石粉末にエポキシ樹脂からなるバインダーと添加剤とを加え、混練することによってコンパウンドを作製する。次に、コンパウンドの所望形状の成形空間を持つ成形装置によって圧縮成形した後、加熱硬化工程、洗浄工程、コーティング工程、検査工程、着磁工程を経て、最終的なボンド磁石を得ることができる。

【0064】成形加工は、上述の圧縮成形に限定されるわけではなく、公知の押出成形、射出成形、または圧延成形によってもよい。磁石粉末は、採用する成形法の種類に応じてプラスチック樹脂やゴムと混練されることになる。

【0065】なお、射出成形による場合、樹脂として広く使用されているポリアミド(ナイロン)の他、ポリフェニレンサルファイド(PPS)樹脂のように高軟化点樹脂を使用することができる。これは、本実施形態に係る磁石粉末が低希土類合金(希土類元素の含有率が低い合金)から形成されているため、酸化されにくく、比較的高い温度で射出成形を行っても磁石特性が劣化しないからである。

【0066】

【実施例】本実施例では、オーステナイト系ステンレス

鋼から形成されたハンマーおよびライニングの表面にタングステンカーバイドを200 $\mu$ mの厚さで溶着したハンマーミル装置を使用して、Fe<sub>3</sub>B/Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B系ナノコンポジット磁石用合金を粉碎した。

【0067】用いたハンマーミル装置は、図1および図2に示す構造を持ち、ハンマーを取り付ける2枚の円板はオーステナイト系ステンレス鋼(JIS SUS304)などから形成されている。なお、ハンマーは幅67mm、厚さ12mmの寸法を有し、円板の直径は150mmである。二枚の円板は、モータの駆動力によって回転する。回転する速度は、毎分4000~8000回転の範囲に制御され得る。

【0068】上述したように、円板の回転円と同心円上に12本のハンマーが取り付けられており、ハンマーと、粉碎室壁面のライニングとの隙間は、全てのハンマーにおいて、ハンマーとライニングが最も接近するところで0.5mmとなる。

【0069】本実施例では、円板を毎分7000回転させ、毎分1kgの合金を粉碎した。

【0070】なお、粉碎装置に投入する前の合金は、パワーミルによって粗粉碎され、平均粒径400 $\mu$ m程度のフレーク状になっていた。ここで用いたパワーミルはWCを溶射した4枚刃のブレードをスベサを介して4段重ねした1組の回転ブレードを所望の粉碎サイズに対応するステンレスクリーンケース中で回転させつつ、原料を粉碎する装置である。

【0071】図4は、粉碎に用いたハンマーミル装置のハンマーの総重量を粉碎開始前のハンマーの総重量で割った値を粉碎量に対してプロットしたグラフである。グラフ中の黒丸および実線は本発明の実施例についての測定結果を示し、白丸および破線は比較例についての測定結果を示している。比較例のハンマーミル装置は、ハンマーおよびライニングの表面にWC膜が形成されておらず、全体がオーステナイト系ステンレス鋼製である点を除いて、実施例のハンマーミル装置と全く同じ構成を有している。

【0072】図4からわかるように、実施例の場合、粉碎量が100kgまでハンマーの磨耗は殆ど観測されない。これに対して、比較例の場合は粉碎量が100kgの段階でハンマーの重量は約5%も減少している。ハンマーから削られたステンレス鋼は粉碎粉中に混入する。ハンマーの重量5%の減少は、粉末中に約0.10質量%のステンレスが混入することに対応している。

【0073】表1および図5は、上記実施例について、粉碎量が10kgの時点での粒度分布(実線)と100kgの時点での粒度分布(破線)とを示している。これに対して、表2と図6は、上記比較例について、粉碎量が10kgの時点での粒度分布(実線)と50kgの時点での粒度分布(破線)とを示している。なお、粒度分布は粉碎粉を多段式の振動ふるいにかけることによって

測定した。多段式の振動ふるいは、上から下に行くにしたがって目開きが小さくなるように重ねられた複数のふるいを有しており、それぞれのふるいに残った粉碎粉の重量を測定することによって粒度分布を測定することができる。

【0074】実施例と比較例とを比べると、比較例の場合、粉碎量が10kgの時点の粒度分布よりも50kgの時点の粒度分布が粗粒側に大きくシフトしているのに、実施例の場合、粉碎量が100kgの時点でも粒度分布に大きな変化は生じていないことがわかる。

【0075】

【表1】

粒径 μm	25kg粉碎後 wt%	100kg粉碎後 wt%
0~38	36.5	36.2
38~75	29.4	28.1
75~106	25.2	26.1
106~150	8.7	9.4
150以上	0.2	0.2
計	100	100

【0076】

【表2】

粒径 μm	25kg粉碎後 wt%	100kg粉碎後 wt%
0~38	33.8	25.1
38~75	31.3	29.1
75~106	27.2	31.4
106~150	7.5	14.2
150以上	0.2	0.2
計	100	100

【0077】比較例で発生したような粒度分布の変化が生じると、磁石の製造には好ましくないため、ハンマーやライニングなどの磨耗部品を頻繁に取りかえることが必要になる。そのような部品交換の作業は人件費の増加を招くため、製造コストを増大させる欠点がある。これに対して、本発明の場合、ハンマーやライニングなどの消耗品の交換頻度が大きく低減されるため、そのような製造コストの増加が生じない。また、本発明の場合は、ハンマーなどを構成していた材料が磨耗によって粉末中に混入する割合が低減されるため、より純度の高い粉末を作製しやすい利点もある。

【0078】なお、上記実施形態および実施例は、急冷法で作製したナノコンジット磁石合金の粉碎に関していたが、本発明はこれに限定されず、鉄を50質量%以上も含有する鉄基磁性材料合金に対して広く適用され得る。鉄を50質量%以上も含有する鉄基磁性材料合金には、例えば、Fe-Si-B-Nb-Cu系やFe-Zr-B系材料の軟磁性材料、また、MQI社製のNd-

Fe-Co-B系磁粉、異方性Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B(HDDR)磁粉、およびSm<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub>系磁粉等の強磁性材料、更には、RFe<sub>2</sub>系超磁歪材料が含まれる。

【0079】また、上記の説明では、結晶化された状態にある鉄基磁性材料合金をハンマーミル装置によって粉碎していたが、非晶質状態または非晶質相を含む状態にある鉄基磁性材料合金を粉碎しても良い。一般に、非晶質相は結晶相に比較して粉碎されにくいいため、ハンマーなどがいっそう磨耗しやすくなる。したがって、被粉碎物が非晶質相を多く含む場合ほど、本発明の効果が顕著に表れるともいえる。

【0080】また、本発明は、上記実施形態の構成を有するハンマーミル装置を用いる場合に限られず、ハンマー(剛体)の運動によって衝撃を加えることによって粉碎を行う種々のハンマーミル装置を用いる場合において適用される。

【0081】

【発明の効果】本発明によれば、ハンマーミル装置内で被粉碎物と衝突・接触する部分(例えばハンマーの表面やライニングの表面)を超硬合金材料から構成しているため、鉄を50質量%以上も含有するような粘りの有る鉄基磁性材料合金を粉碎しても、ハンマーやライニングなどの磨耗が生じにくく、粉碎粉の粒度分布を所望の分布に維持することができる。したがって、本発明によって作製した鉄基磁性材料合金粉末は、ボンド磁石やその他の磁性材料部品などに好適に用いられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に使用されるハンマーミル装置を示す断面図である。

【図2】図1に示すハンマーミル装置の粉碎室を拡大して示す透明斜視図である。

【図3】本発明に好適に使用され得るメルトスピニング装置(単ロール装置)の一構成例を示す図である。

【図4】粉碎に用いたハンマーミル装置のハンマーの重量を粉碎開始前のハンマーの総重量で割った値を粉碎量に対してプロットしたグラフである。

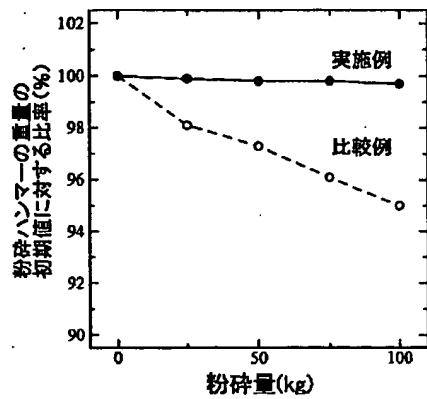
【図5】本発明の実施例について、粉碎量が10kgの時点での粒度分布(実線)と50kgの時点での粒度分布(破線)とを示すグラフである。

【図6】比較例について、粉碎量が10kgの時点での粒度分布(実線)と50kgの時点での粒度分布(破線)とを示すグラフである。

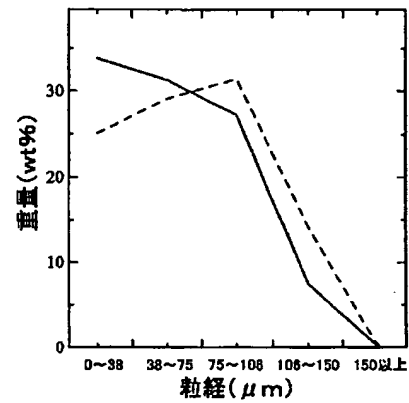
【符号の説明】

- 1 溶解室
- 2 急冷室
- 3 溶解炉
- 4 貯湯容器
- 5 出湯ノズル
- 6 ロート
- 7 回転冷却ロール

【図4】



【図6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

タームコード (参考)

B 0 2 C 13/282

B 0 2 C 13/282

B 2 2 F 1/00

B 2 2 F 1/00

Y

3/00

3/00

C

C 2 2 C 38/00

3 0 3

C 2 2 C 38/00

3 0 3 D

H 0 1 F 41/02

H 0 1 F 41/02

G

(72)発明者 広沢 哲

F ターム (参考) 4D065 AA02 AA09 BB03 BB11 EA05

大阪府三島郡島本町江川2丁目15番17号

E802 E820 EC05 ED03 ED16

住友特殊金属株式会社山崎製作所内

ED23 EE02 EE19

4K017 AA04 BA06 BB12 BB18 CA07

DA04 EA05

4K018 AA27 AA31 BA18 BB04 BC08

GA02 KA45

5E062 CC05 CD06 CE01 CG03

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder which includes the process which prepares the iron machine magnetic material alloy containing the iron more than 50 mass %, and the process at which a part of part [ at least ] in contact with said iron machine magnetic material alloy grinds said iron machine magnetic material alloy using the hammer mill equipment currently formed from the cemented carbide ingredient.

[Claim 2] Said iron machine magnetic material alloy is the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder according to claim 1 which is a nano crystal magnetic material.

[Claim 3] Said iron machine magnetic material alloy is the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder containing an iron machine boride according to claim 1.

[Claim 4] The manufacture approach of iron machine magnetic material alloy powder given in either of claims 1-3 said whose cemented carbide ingredients are tungsten carbide.

[Claim 5] The manufacture approach of iron machine magnetic material alloy powder given in either of claims 1-4 to which mean particle diameter generates 10-micrometer or more iron machine magnetic material alloy powder 100 micrometers or less with FSSS grain size according to the process which grinds said iron machine magnetic material alloy using said hammer mill equipment.

[Claim 6] The process which prepares said iron machine magnetic material alloy is the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder according to claim 5 which includes the process which forms the molten metal of a raw material alloy, and the process which cools the molten metal of said raw material alloy quickly, and forms a rapid solidification alloy.

[Claim 7] The manufacture approach of iron machine magnetic material

alloy powder according to claim 6 that the cooling rate when cooling said molten metal quickly is 102 degrees C/second - 105 degrees C/second.

[Claim 8] Said iron machine magnetic material alloy is the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder according to claim 6 which is a Fe-R-B system (boron and R are [ Fe ] rare earth elements for iron and B) alloy.

[Claim 9] Said iron machine magnetic material alloy is the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder according to claim 8 which is an alloy for nano composite magnets.

[Claim 10] Said hammer mill equipment is the manufacture approach of the ferromagnetism ingredient alloy powder according to claim 1 characterized by having two or more hammers connected to the revolving shaft, and the pulverization chamber which holds said two or more hammers, and forming said some of hammers [ at least ] from the cemented carbide ingredient.

[Claim 11] It is the manufacture approach of ferromagnetism ingredient alloy powder according to claim 10 that the liner which has irregularity is prepared in the front face in the perimeter of said hammer at said pulverization chamber, and said a part of liner [ at least ] is formed from the cemented carbide ingredient.

[Claim 12] The manufacture approach of the magnetic material components characterized by forming magnetic material components using the iron machine magnetic material alloy powder produced by the manufacture approach of iron machine magnetic material alloy powder according to claim 1.

[Claim 13] The manufacture approach of a magnetic material component according to claim 12 that said magnetic material component is a permanent magnet.

[Claim 14] The molten metal of a Fe-R-B system alloy is cooled with a quenching method. By it The cooling process which forms a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] rapid solidification alloy, The process which generates the alloy which crystallizes said rapid solidification alloy and has a permanent magnet property by heat treatment, The manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder which includes the process in which said alloy is ground using the hammer mill equipment with which a part of part [ at least ] in contact with said alloy is formed from the cemented carbide ingredient, and mean particle diameter forms 10-micrometer or more powder 100 micrometers or less with FSSS grain size by it.

[Claim 15] The manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 14 which includes further the process

which carries out coarse grinding of said rapid solidification alloy before said heat treatment.

[Claim 16] Said rapid solidification alloy is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 14 or 15 which consists of organizations where at least one metastable phase chosen from the group which consists of an amorphous phase and Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub> phase, Fe<sub>3</sub>B phase, and an R<sub>2</sub>Fe<sub>23</sub>B three phase circuit before said heat treatment, and R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B phase are intermingled.

[Claim 17] Said rapid solidification alloy is the manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 14 or 15 which consists of amorphous organizations before said heat treatment.

[Claim 18] the alloy which has said permanent magnet property -- Fe<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub> (Fe -- iron --) R is expressed with rare earth elements, B is expressed with the empirical formula of boron, and x in said empirical formula and y satisfy the relation of  $x \leq 2 \text{ atom } \% \leq 11 \text{ atom } \%$  and  $10 \text{ atom } \% \leq y \leq 20 \text{ atom } \%$ . As a configuration phase The manufacture approach of iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 14 that the diameter of average crystal grain of each configuration phase is 100nm or less in FSSS grain size including the alloy of Fe, Fe, and B, and the compound which has the R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B mold crystal structure.

[Claim 19] The manufacture approach of the bond magnet which includes the process which prepares said iron machine alloy permanent magnet powder manufactured by the manufacture approach of iron machine alloy permanent magnet powder according to claim 14, and the process which fabricates said iron machine alloy permanent magnet powder.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the method of manufacturing the powder of the iron machine magnetic material alloy containing the iron more than 50 mass %, and the method of manufacturing magnetic material components using the powder. As an iron machine magnetic material alloy, not only a hard magnetic material alloy but a soft magnetic material alloy, the nano composite magnet which the hard magnetism phase and the soft magnetic phase combined are contained. Moreover, not only permanent magnets, such as a sintered magnet and a bond magnet, but a magnetic-shielding member etc. is widely contained in magnetic material components.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to grind a magnetic material alloy conventionally, grinders, such as jet mill equipment, power mill equipment, and ball mill equipment, have been used widely. However, the powder with which particle size consists of a comparatively big particle which is about 100 micrometers according to jet mill equipment is ungenerable, and if power mill equipment, ball mill equipment, etc. are twisted, the grain size which shows single normal distribution will not be obtained. For this reason, in order to grind a magnetic material alloy and for a mean diameter to generate 10-micrometer or more powder 100 micrometers or less, pin disc mill equipment etc. was used.

[0003] Moreover, as grinders other than the above, the hammer mill equipment which is a kind of an impact grinder is known, and it is used in the field of powder metallurgy etc. As hammer mill equipment, U-atomizer 15 mold by Dalton Corp. is mentioned, for example. With this hammer mill equipment, in the interior of the pulverization chamber covered with the liner (lining material) which has irregularity, two or more hammers connected possible [ swing ] to the rotating disk are formed in the front face, and a hammer rotates the grinding interior of a room at a high speed by carrying out high-speed rotation of the disk. A ground object is ground by receiving a blow, grinding, or being pressed and crushed in the clearance between a hammer and lining etc. In addition, a hammer and lining are formed from austenitic stainless steel (for example, JIS SUS304 grade).

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, there is especially no example it was reported that it was to grind the magnetic material alloy conventionally formed from a specific ingredient using such hammer mill equipment. Moreover, when hammer mill equipment ground a magnetic

material alloy, it was not known whether it is that the alloy powder which has the particle size distribution suitable for magnet production is obtained, either. Although the magnetic material alloy contains many iron typically, in order to produce the suitable alloy powder for magnets from such an alloy, while grinding an alloy very finely, it is required to grind so that particle size distribution may turn into predetermined distribution. In magnetic production, since the particle size distribution of alloy powder have very big effect on a final magnet property, it is very important to produce the alloy powder which has predetermined particle size distribution.

[0005] On the other hand, the invention-in-this-application person found out that the alloy powder which has particle size distribution suitable as powder for magnets was producible, when the iron machine magnetic material alloy which contains the iron more than 50 mass % using hammer mill equipment was ground. For example, in order to produce a nano composite magnet, when the iron machine magnetic material alloy (iron content is about 70 mass %) used appropriately was ground using hammer mill equipment, the grain size suitable for magnet production was able to obtain 10 to 100 micrometers alloy powder.

[0006] Furthermore, according to the experiment of an invention-in-this-application person, when it was going to grind the above iron machine magnetic material alloys using hammer mill equipment, it turned out that a hammer and lining are worn out in a grinding process for a short period of time, and the particle size distribution of the powder obtained by grinding change with time. Since especially boride phases, such as an intermetallic compound contained in a nano composite magnet and Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, have the high degree of hardness, the grinding object contact section of a grinder especially a hammer, lining, etc. are worn remarkably. Thereby, when the gap of a hammer and lining changes, the shift of particle size distribution with time arises notably. Especially the shift of such particle size distribution is not desirable in order to degrade the magnetic properties of magnetic material components, when using for manufacture of the magnetic material components represented by the magnet etc. For example, when particle size distribution change in the direction in which mean particle diameter becomes large, there is a possibility that the magnetic powder filling factor in injection molding or compression molding may fall. Moreover, in order to prevent change of such particle size distribution, while it is necessary to exchange components, such as a hammer and lining, frequently and a throughput falls, a manufacturing cost will increase for the labor cost which exchange takes.



[0007] This invention is made in view of these many points, even if the main purpose grinds an iron machine magnetic material alloy using hammer mill equipment, neither a hammer nor lining is worn out for a short period of time, but a powdered grain size is to offer the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder which cannot change easily with time.

[0008] Moreover, other purposes of this invention are to offer magnetic material components, such as a bond magnet, using the manufacture approach of such iron machine magnetic material alloy powder.

[0009]

[Means for Solving the Problem] The manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder of this invention includes the process which prepares the iron machine magnetic material alloy containing the iron more than 50 mass %, and the process which grinds said iron machine magnetic material alloy using the hammer mill equipment with which a part of part [ at least ] in contact with said iron machine magnetic material alloy is formed from the cemented carbide ingredient.

[0010] In a desirable operation gestalt, said iron machine magnetic material alloy is a nano crystal magnetic material.

[0011] In a desirable operation gestalt, said iron machine magnetic material alloy contains an iron machine boride.

[0012] In a desirable operation gestalt, said cemented carbide ingredient is the tungsten carbide.

[0013] In a desirable operation gestalt, mean particle diameter generates 10-micrometer or more iron machine magnetic material alloy powder 100 micrometers or less with FSSS grain size according to the process which grinds said iron machine magnetic material alloy using said hammer mill equipment.

[0014] In a desirable operation gestalt, the process which prepares said iron machine magnetic material alloy includes the process which forms the molten metal of a raw material alloy, and the process which cools the molten metal of said raw material alloy quickly, and forms a rapid solidification alloy.

[0015] In a desirable operation gestalt, the cooling rate when cooling said molten metal quickly is 102 degrees C/second - 105 degrees C/second.

[0016] In a desirable operation gestalt, said iron machine magnetic material alloy is a Fe-R-B system (for iron and B, boron and R are [ Fe ] rare earth elements) alloy.

[0017] In a desirable operation gestalt, said iron machine magnetic material alloy is an alloy for nano composite magnets.

[0018] In a desirable operation gestalt, said hammer mill equipment is equipped with two or more hammers connected to the revolving shaft, and the pulverization chamber which holds said two or more hammers, and is characterized by forming said some of hammers [ at least ] from the cemented carbide ingredient.

[0019] In the desirable operation gestalt, in the perimeter of said hammer, the liner which has irregularity is prepared in the front face, and said a part of liner [ at least ] is formed in said pulverization chamber from the cemented carbide ingredient.

[0020] In the desirable operation gestalt, in some walls [ at least ] of said pulverization chamber, the liner which has irregularity is prepared and said a part of liner [ at least ] is formed from the cemented carbide ingredient.

[0021] The manufacture approach of the magnetic material components by this invention is characterized by forming magnetic material components using the iron machine magnetic material alloy powder produced by the manufacture approach of the above-mentioned iron machine magnetic material alloy powder.

[0022] In a desirable operation gestalt, said magnetic material component is a permanent magnet.

[0023] The manufacture approach of the iron machine alloy permanent magnet powder of this invention The molten metal of a Fe-R-B system alloy is cooled with a quenching method. By it The cooling process which forms a with a 80-micrometer or more thickness [ 300 micrometer or less ] rapid solidification alloy, The process which generates the alloy which crystallizes said rapid solidification alloy and has a permanent magnet property by heat treatment, Said alloy is ground using the hammer mill equipment with which a part of part [ at least ] in contact with said alloy is formed from the cemented carbide ingredient, and the process in which mean particle diameter forms 10-micrometer or more powder 100 micrometers or less with FSSS grain size by it is included.

[0024] In a desirable operation gestalt, the process which carries out coarse grinding of said rapid solidification alloy before said heat treatment is included further.

[0025] In the desirable operation gestalt, said rapid solidification alloy consists of organizations where at least one metastable phase chosen from the group which consists of an amorphous phase and Fe<sub>23</sub> B<sub>6</sub> phase, Fe<sub>3</sub> B phase, and an R<sub>2</sub>Fe<sub>23</sub>B three phase circuit before said heat treatment, and R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub> B phase are intermingled.

[0026] In the desirable operation gestalt, said rapid solidification alloy consists of amorphous organizations before said heat treatment.

[0027] In a desirable operation gestalt, the alloy which has said permanent magnet property It is expressed with the empirical formula of  $\text{Fe}_{100-x-y}\text{R}_x\text{B}_y$  (for iron and R, rare earth elements and B are [ Fe ] boron). x in said empirical formula and y satisfy the relation of  $x \leq 2$  atom %  $\leq 11$  atom % and  $10 \text{ atom \%} \leq y \leq 20 \text{ atom \%}$ . As a configuration phase The diameter of average crystal grain of each configuration phase is 100nm or less in FSSS grain size including the alloy of Fe, Fe, and B, and the compound which has the  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  mold crystal structure.

[0028] The manufacture approach of the bond magnet of this invention includes the process which prepares said iron machine alloy permanent magnet powder manufactured by the manufacture approach of the above-mentioned iron machine alloy permanent magnet powder, and the process which fabricates said iron machine alloy permanent magnet powder.

[0029]

[Embodiment of the Invention] In this invention, after forming the iron machine magnetic material alloy which includes the iron more than 50 mass %, a part of part [ at least ] in contact with an iron machine magnetic material alloy grinds an iron machine magnetic material alloy using the hammer mill equipment currently formed from the cemented carbide ingredient (preferably tungsten-carbide sintered compact).

[0030] The invention-in-this-application person found out that it was hard to produce wear of a hammer, lining, etc., and the particle size distribution of a pulverized powder could be maintained to desired distribution in the grinding interior of a room of hammer mill equipment even if it grinds an iron machine magnetic material alloy with which more than 50 mass % contains iron and which is sticky, when the part (for example, a hammer and lining) which collides and contacts with a ground object is constituted from a cemented carbide ingredient.

[0031] Hereafter, the operation gestalt of this invention is explained.

[0032] [Hammer mill equipment] drawing 1 and drawing 2 show an example of the hammer mill equipment used with this operation gestalt. Drawing 1 R> 1 is the sectional view showing the whole hammer mill equipment configuration, and drawing 2 is the perspective view expanding and showing the grinding section of the hammer mill equipment shown in drawing 1 . As shown in drawing 1 , hammer mill equipment 10 consists of feeder 10c which carries a raw material to hopper (input port) 10b for throwing in a raw material, pulverization-chamber 10a for grinding a raw material, and pulverization-chamber 10a from hopper 10b. In addition, the feeder of a screw type is used as feeder 10c.

[0033] Moreover, as shown in drawing 1 and drawing 2 , two or more hammers 12 held with the disk 14 of the pair fixed to the revolving

shaft 16 are held in the interior of pulverization-chamber 10a of hammer mill equipment 10. With this operation gestalt, hammer mill equipment 10 has 12 "K0" character type hammers 12. However, only two hammers are shown in drawing 2 among 12 hammers 12.

[0034] The arm of a hammer 12 is connected rotatable to the shaft 13 which was prolonged in between disks between the disks 14 of a pair, and was fixed in near the periphery of a disk. Thus, a hammer 12 is attached in a disk 14 in the condition that it can swing. In addition, the shaft 13 is established at equal intervals on the same periphery in a disk 14, and the hammer 12 is symmetrically arranged by this to the revolving shaft 16.

[0035] Moreover, the upper part of a wall is established in the wrap lining 18 by pulverization-chamber 10a, and irregularity (for example, irregularity of an involute mold) is formed in the front face of this lining 18. On the other hand, the lower part of pulverization-chamber 10a leads to the exterior of equipment through the screen (reticulated member) 19, and after a pulverized powder is sifted out by the screen 19, it is discharged by the equipment exterior.

[0036] The driving gear (un-illustrating) for applying the rotational motion force to a revolving shaft 16 is formed in hammer mill equipment 10, and it can be made to rotate the disk 14 of a pair at high speed (4000 - 8000rpm). Thereby, the hammer 12 attached in the periphery section of a disk also moves the surroundings of a shaft 16 circularly at a high speed. In order that a hammer 12 may receive the centrifugal force which goes outside during rotation, spacing of distal end 12a of a hammer and lining 18 serves as min. The hammer 12 under rotation and the clearance between the linings 5 arranged at the grinding indoor wall are preferably set as about 0.5mm. However, this gap may be suitably changed according to the ingredient of a ground object, the particle size distribution of a pulverized powder which should be acquired.

[0037] In such hammer mill equipment 10, the ground object which should be ground is thrown in in equipment from hopper 10b, and is sent to pulverization-chamber 10a by screw feeder 10c. The ground object sent to pulverization-chamber 10a is ground by being knocked with the hammer 12 with big kinetic energy, being cut, grinding, or being pressed and crushed by the high-speed circular motion, all over the clearance between linings 18 and the hammers 12 which have been arranged at the grinding indoor wall. As mentioned above, since a hammer 12 can be swung, it can tell the impact which makes and becomes so that it may be a whip efficiently to a non-grinding object. The powder generated by such grinding is discharged through a screen 19 in the equipment lower part.

[0038] In the hammer mill equipment 10 of this operation gestalt, although the disk 14 and revolving shaft 16 which support a hammer 12 are formed from stainless steel etc., a hammer 12 and lining 18 are formed from cemented carbide ingredients, such as a tungsten-carbide (WC) sintered compact. As a cemented carbide ingredient, TiC, MoC, NbC, TaC, and Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> grade can be suitably used besides WC. These cemented carbide is the sintered compacts which combined IVa, Va, and the carbide powder of the metal belonging to a VIa group using Fe, Co, nickel, Mo, Cu, Pb, Sn, or these alloys.

[0039] Instead of forming a hammer 12 and the whole lining 18 from a cemented carbide ingredient, you may make it cover only a hammer 12 and the front face of lining 18 by cemented carbide. Moreover, the part (for example, a disk 14 and a shaft 16) which contacts a ground object except a hammer 12 or lining 18 may be formed from cemented carbide. However, it is tended to wear a hammer 12 out, and since lining 18 is subsequently a part with remarkable wear compared with other powder contact sections, it is desirable to form the front face or the whole of a hammer 12 and lining 18 from cemented carbide at least.

[0040] Hereafter, the desirable operation gestalt is explained to a detail about the manufacture approach of the iron machine magnetic material alloy powder by this invention.

[0041] This operation gestalt explains the case where the powder is manufactured, using the nano composite magnet alloy of a Fe-R-B alloy system as an example of an iron machine magnetic material alloy. A nano composite magnet alloy is the iron machine alloy permanent magnet which the microcrystal of the iron machine boride which are software magnetism phases, such as Fe<sub>3</sub>B and Fe<sub>23</sub>B<sub>6</sub>, and the microcrystal of the R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B phase which is a hard magnetism phase were distributed in the same metal texture at homogeneity, and both combined magnetically by the exchange interaction.

[0042] such a nano composite magnet alloy -- T<sub>100-x-y</sub>R<sub>x</sub>B<sub>y</sub> (the transition-metals element with which T permuted a part of Fe or Fe by Co etc. --) the alloy (x≤2 atom %≤11 atom % --) which R is rare earth elements and is expressed with the empirical formula of at least one sort of rare earth elements chosen from the group which consists of Pr, Nd, Dy, and Tb preferably And after making the molten metal of 10 atom %≤y≤20 atom % solidify with a quenching method, it is produced by performing suitable heat treatment. A part of B (boron) may be permuted by C (carbon). Moreover, the additive for raising magnetic properties may be contained, and as an additive, even if there are little Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf, Ta, and W, a kind can be used. However, the alloy needs

to contain Fe more than 50 mass %. On these specifications, the alloy which may have the above various presentations is called the Fe-R-B system alloy.

[0043] When using the single rolling method, this is made to solidify as a quenching method by contacting a raw material alloy molten metal on the front face of the rotating cooling roller. When based on this approach, the configuration of a quenching alloy becomes what was extended in the shape of a thin band (ribbon) along the peripheral-velocity direction of a cooling roller. Thus, as for the produced quenching alloy thin band, a permanent magnet property is given by heat treatment. As for after heat treatment, it is desirable that the diameter of average crystal grain of each configuration phase sets to 100nm or less as a configuration phase including the alloy of Fe, Fe, and B,  $R_2Fe_{14}B$ , etc. Then, it is ground so that mean particle diameter may be set to 300 micrometers or less, and it becomes magnet powder. This magnet powder will constitute the permanent magnet object which has a request configuration with compression molding or injection molding.

[0044] With a [quenching equipment] book operation gestalt, a raw material alloy is manufactured using the melt spinning equipment shown, for example in drawing 3. In order to prevent oxidation of the raw material alloy containing the rare earth elements which are easy to oxidize, an alloy production process is performed in an inert gas ambient atmosphere. As inert gas, it is desirable to use rare gas, such as helium or an argon. In addition, in order that nitrogen may tend to react with rare earth elements, using as inert gas is not desirable.

[0045] The equipment of drawing 3 held the vacuum or the inert gas ambient atmosphere, and is equipped with the dissolution room 1 and the quenching room 2 of the raw material alloy which can adjust the pressure.

[0046] The dissolution room 1 is equipped with the fusion furnace 3 which dissolves the raw material 20 blended so that it might become a desired magnet alloy presentation at an elevated temperature, the hot-water-storing container 4 which has the tapping nozzle 5 at the pars basilaris ossis occipitalis, and the combination feeding equipment 8 for supplying a feed ingredient in a fusion furnace 3, controlling atmospheric penetration. The hot-water-storing container 4 stores the molten metal 21 of a raw material alloy, and has the heating apparatus (un-illustrating) which can maintain the tapping temperature on predetermined level.

[0047] The quenching room 2 is equipped with the rotation cooling roller 7 for carrying out the rapid solidification of the molten metal 21 which came out of the tapping nozzle 5.

[0048] In this equipment, the ambient atmosphere in the dissolution room 1 and the quenching room 2 and its pressure are controlled by the predetermined range. Therefore, controlled atmosphere feed hopper 1b, 2b and 8b, and the flueing openings 1a, 2a, and 8a are formed in the suitable part of equipment. Especially flueing opening 2a is connected to the pump in order to control the absolute pressure in the quenching room 2 within the limits of vacuum -50kPa.

[0049] A fusion furnace 3 can be tilted and pours in a molten metal 21 suitably in the hot-water-storing container 4 through a funnel 6. A molten metal 21 is heated by non-illustrated heating apparatus in the hot-water-storing container 4.

[0050] The tapping nozzle 5 of the hot-water-storing container 4 is arranged at the septum of the dissolution room 1 and the quenching room 2, and makes the front face of a cooling roller 7 in which it is located caudad flow down the molten metal 21 in the hot-water-storing container 4. The diameter of an orifice of the tapping nozzle 5 is 0.5-2.0mm. With this operation gestalt, when the viscosity of a molten metal 21 is large, although a molten metal 21 stops being able to flow easily in the inside of the tapping nozzle 5, in order to hold the quenching room 2 in the pressure condition lower than the dissolution room 1, differential pressure is formed between the dissolution room 1 and the quenching room 2, and tapping of a molten metal 21 is performed smoothly.

[0051] As for a cooling roller 7, it is desirable to form from the alloy containing Cu, Fe or Cu, or Fe. If a cooling roller is produced with ingredients other than Cu or Fe, since the detachability over the cooling roller of a quenching alloy will worsen, it is [ a possibility that a quenching alloy may coil around a roll ] and is not desirable. The diameter of a cooling roller 7 is 300-500mm. The water-cooled capacity of a water cooler established in the cooling roller 7 is computed and adjusted according to the coagulation latent heat and the amount of tapping per unit time amount.

[0052] According to the equipment shown in drawing 3 , the rapid solidification of a total of the 20kg raw material alloy can be carried out, for example in 15 - 30 minutes. In this way, the formed quenching alloy is the alloy thin band (thickness:80micrometer-300micrometer and width-of-face:2mm-6mm) (alloy ribbon) 22.

[0053] in addition, without using the tapping nozzle 5 like the equipment to illustrate, since a molten metal collects, a quenching alloy may be produced using the strip casting equipment which supplies an alloy molten metal on a quenching roll using the tabular (or dished) interior material of a proposal (chute). In this case, as an alloy

molten metal can be pulled up on the rotating roll, it moves in a roll top, and in this process, it quenches it. If such strip casting equipment is used, it will become possible to raise manufacture effectiveness.

[0054] [Quenching method] The molten metal 21 of the raw material alloy expressed with the above-mentioned empirical formula is produced first, and it stores in the hot-water-storing container 4 of the dissolution room 1 of drawing 3. Next, tapping of this molten metal 21 is carried out from the tapping nozzle 5 on the water-cooled roll 7 in a reduced pressure Ar ambient atmosphere, and contact on the water-cooled roll 7 quenches it, and it is solidified. It is desirable to use the approach in which highly precise control of a cooling rate is possible as the rapid solidification approach.

[0055] In addition, the ambient atmosphere in the quenching room 2 is changed into a reduced pressure condition. As for an ambient atmosphere, it is desirable that absolute pressure consists of inert gas of 50 or less kPas. In addition, since the effect of a controlled atmosphere being involved in between a roll kneader and an alloy molten metal becomes remarkable when the pressure of a controlled atmosphere exceeds 50kPa(s), and a possibility that a uniform organization may not be obtained becomes strong, it is not desirable.

[0056] With this operation gestalt, the thickness of a quenching alloy thin band is set as the 80-micrometer or more range of 300 micrometers or less by adjusting roll surface velocity a second within the limits of 1m /or more 13m/second or less. In a second, the diameter of average crystal grain becomes [ roll surface peripheral velocity ] large too much in less than 1m /. On the other hand, when roll surface peripheral velocity exceeds a second in 13m /, less than 0.3 powder will be formed for the ratio (a monopodium/major axis) of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis at the grinding process using the hammer mill equipment which the thickness of a quenching alloy thin band is less than 70 micrometers, and mentions later. When a minor axis / major-axis ratio is less than 0.3 micrometers, there is an inclination for the restoration nature and the fluidity at the time of shaping to fall, and for a magnetic powder filling factor to fall.

[0057] In addition, when producing a quenching alloy using the above quenching methods, as for a quenching rate, it is desirable to be set [ second ] up in 102 degrees C/second - 105 degrees C /.

[0058] After performing a quenching process in the case of a [heat-of-crystallization processing] book operation gestalt, the diameter of average crystal grain generates the microcrystal which is 100nm or less



by performing heat-of-crystallization processing to a quenching alloy. As for this heat treatment, it is more preferably desirable to heat 30 seconds or more at the temperature of 500 degrees C - 700 degrees C 400 degrees C - 700 degrees C. If heat treatment temperature exceeds 700 degrees C, grain growth will be remarkable and a magnet property will deteriorate. On the contrary, since R2Fe14 B phase does not deposit [ heat treatment temperature ] at less than 400 degrees C, high coercive force is not acquired.

[0059] If it heat-treats on condition that the above, a microcrystal (the alloy (namely, iron machine boride) of iron, iron, and boron and compound which has the R2Fe14B mold crystal structure) can be formed so that the diameter of average crystal grain may be set to 100nm or less. Although desirable heat treatment time amount may differ depending on heat treatment temperature, when heat-treating, for example at 600 degrees C, it is desirable to perform heating for 30 seconds - about 30 minutes. Crystallization may not be completed if heat treatment time amount is less than 30 seconds.

[0060] In addition, before heat-treating, it is desirable to perform a coarse-grinding process and to change into a powder condition with a mean particle diameter of about 100-1000 micrometers. A mean diameter here points out a mass median diameter (median size).

[0061] With a [grinding process] book operation gestalt, the pulverized powder by which coarse grinding was carried out is further ground using the hammer mill equipment 10 shown in drawing 1 and drawing 2 by the above-mentioned approach. According to such hammer mill equipment 10, 10-micrometer or more powder 100 micrometers or less is produced for mean particle diameter. With this operation gestalt, 1.0 or less or more 0.3 powder particle is obtained for the ratio (a monopodium/major axis) of the direction size of a minor axis to the direction size of a major axis.

[0062] According to this operation gestalt, even if it performs a lot of grinding processing, it is hard to produce wear of a hammer, lining, etc. The gap of a hammer and lining spreads, and if a hammer and lining are worn out, that it is easy to pass through the particle, it will become, or when the volume of a hammer decreases, the collision frequency of a hammer and a ground object will fall. Consequently, the particle size distribution of the alloy powder obtained are shifted in the direction in which mean particle diameter becomes large. This is connected with reducing magnetic properties greatly when powder consists of magnetic materials, such as a magnet. However, according to this operation gestalt, since abrasion resistance, such as a hammer and lining, is

improving, the particle size distribution of the magnet alloy powder obtained cannot change easily with time, and the magnetic material components which were finally excellent in magnetic properties will be obtained.

[0063] A compound is produced by adding and kneading the binder and additive which become the magnet powder which is the [manufacture approach of magnet object] above-mentioned, and was made and obtained from an epoxy resin. Next, after pressing with shaping equipment with the shaping space of the request configuration of a party udo, a final bond magnet can be obtained through a heat hardening process, a washing process, a coating process, an inspection process, and a magnetization process.

[0064] Fabrication is not necessarily limited to above-mentioned compression molding, and is good also by well-known extrusion molding, injection molding, or rolling shaping. Magnet powder will be kneaded with plastic resin and rubber according to the class of fabricating method to adopt.

[0065] In addition, when based on injection molding, high softening temperature resin can be used like polyphenylene sulfide (PPS) resin besides the polyamide (nylon) currently widely used as resin. This is because the magnet powder concerning this operation gestalt is formed from the low rare earth alloy (alloy with the low content of rare earth elements), so a magnet property does not deteriorate even if it is hard to oxidize and performs injection molding at temperature high in comparison.

[0066]

[Example] the hammer-mill equipment which welded [ the hammer formed from austenitic stainless steel, and / of lining ] the tungsten carbide by the thickness of 200 micrometers in this example of an experiment -- using it -- Fe -- the alloy for 3 B/Nd2Fe14B system nano composite magnets was ground.

[0067] The used hammer mill equipment has the structure shown in drawing 1 and drawing 2 R> 2, and the disk furnished with a hammer of two sheets is formed from austenitic stainless steel (JIS SUS304) etc. In addition, a hammer has width of face of 67mm, and a dimension with a thickness of 12mm, and the diameter of a disk is 150mm. The disk of two sheets rotates with the driving force of a motor. The rate to rotate may be controlled by the range of per minute 4000 to 8000 rotation.

[0068] As mentioned above, 12 hammers are attached on the turning circle of a disk, and the concentric circle, and the clearance between a hammer and lining of a grinding interior wall side becomes 0.5mm in all hammers

in the place which a hammer and lining approach most.

[0069] In this example, the disk was rotated per minute 7000 times and the alloy 1kg/m was ground.

[0070] In addition, with the power mill, coarse grinding of the alloy before supplying to grinding equipment was carried out, and it had become the shape of a flake with a mean particle diameter of about 400 micrometers. The power mill used here is equipment which grinds a raw material, rotating 1 set of rotation blades which carried out the four-step pile of the blade of the four-sheet cutting edge which carried out thermal spraying of the WC through the spacer in the stainless steel clean case corresponding to desired grinding size.

[0071] Drawing 4 is the graph which plotted the value which broke by AUW of the hammer before grinding initiation the AUW of the hammer of the hammer mill equipment used for grinding to the amount of grinding. The black dot and continuous line in a graph show the measurement result about the example of this invention, and the white round head and the broken line show the measurement result about the example of a comparison. WC film is not formed in a hammer and the front face of lining, but the hammer mill equipment of the example of a comparison has the completely same configuration as the hammer mill equipment of an example except for the point that the whole is a product made from austenitic stainless steel.

[0072] As for most wear of a hammer, in the case of an example, the amount of grinding is not observed to 100kg so that drawing 4 may show. On the other hand, the weight of a hammer is decreasing about 5% in the phase where the amount of grinding is 100kg in the case of the example of a comparison. The stainless steel deleted from the hammer is mixed into a pulverized powder. Reduction of 5% of weight of a hammer supports that the stainless steel of about 0.10 mass % mixes into powder.

[0073] Table 1 and drawing 5 show the particle size distribution (continuous line) in the time of the amount of grinding being 10kg, and the particle size distribution (broken line) in the time of 100kg about the above-mentioned example. On the other hand, Table 2 and drawing 6 show the particle size distribution (continuous line) in the time of the amount of grinding being 10kg, and the particle size distribution (broken line) in the time of 50kg about the above-mentioned example of a comparison. In addition, particle size distribution were measured by applying a pulverized powder to the multistage-type vibrating screen. The multistage-type vibrating screen has two or more screens piled up so that an opening might become small as it goes downward from a top, and it can measure particle size distribution by measuring the weight of the

pulverized powder which remained in each screen.

[0074] When an example is compared with the example of a comparison, even when the amount of grinding is 100kg, in the case of the example of a comparison, in the case of an example, it turns out that the big change to particle size distribution is not produced that the particle size distribution at the time of 50kg have shifted to a coarse-grain side greatly rather than the particle size distribution at the time of the amount of grinding being 10kg.

[0075]

[Table 1]

粒徑 μ m	25 k g 粉碎後 w t %	100 k g 粉碎後 w t %
0~38	36.5	36.2
38~75	29.4	28.1
75~106	25.2	26.1
106~150	8.7	9.4
150以上	0.2	0.2
計	100	100

[0076]

[Table 2]

粒徑 μ m	25 k g 粉碎後 w t %	100 k g 粉碎後 w t %
0~38	33.8	25.1
38~75	31.3	29.1
75~106	27.2	31.4
106~150	7.5	14.2
150以上	0.2	0.2
計	100	100

[0077] When change of particle size distribution which were generated in the example of a comparison arises, since it is not desirable, it is necessary for magnetic manufacture to exchange wear components, such as a hammer and lining, frequently. The activity of such a parts replacement has the fault which increases a manufacturing cost in order to cause the increment in a labor cost. On the other hand, since the exchange frequency of articles of consumption, such as a hammer and lining, is reduced greatly in the case of this invention, such a manufacture increase in cost does not arise. Moreover, in the case of this invention, since the rate which the ingredient which constituted the hammer etc. mixes into powder by wear is reduced, there is also an advantage which is easy to produce powder with more high purity.

[0078] In addition, although the above-mentioned operation gestalt and

the example were related with grinding of the nano composite magnet alloy produced with the quenching method, this invention is not limited to this but may be widely applied to the iron machine magnetic material alloy with which more than 50 mass % contains iron. Ferromagnetic ingredients, such as soft magnetic materials of for example, a Fe-Si-B-Nb-Cu system or a Fe-Zr-B system ingredient and Nd-Fe-Co-B system magnetic powder made from MQI, anisotropy Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B (HDDR) magnetic powder, and Sm<sub>2</sub>Fe<sub>17</sub> system magnetic powder, and also a RFe<sub>2</sub> system super-magnetostriction ingredient are contained in the iron machine magnetic material alloy with which more than 50 mass % contains iron. [0079] Moreover, although hammer mill equipment had ground the iron machine magnetic material alloy in the condition of having crystallized, in the above-mentioned explanation, the iron machine magnetic material alloy in the condition that an amorphous state or an amorphous phase is included may be ground. Generally, since an amorphous phase is hard to be ground as compared with a crystal phase, it much more becomes easy to wear a hammer etc. out. Therefore, the effectiveness of this invention can say that the case where a ground object contains many amorphous phases appears notably.

[0080] Moreover, this invention is not restricted when using the hammer mill equipment which has the configuration of the above-mentioned operation gestalt, but when using the various hammer mill equipments which grind by adding an impact by movement of a hammer (rigid body), it is applied.

[0081]

[Effect of the Invention] Since the part (for example, the front face of a hammer and the front face of lining) which collides and contacts with a ground object within hammer mill equipment is constituted from a cemented carbide ingredient according to this invention, even if it grinds an iron machine magnetic material alloy with which more than 50 mass % contains iron and which has stickiness, it is hard to produce wear of a hammer, lining, etc., and the particle size distribution of a pulverized powder can be maintained to desired distribution. Therefore, the iron machine magnetic material alloy powder produced by this invention is used suitable for a bond magnet, other magnetic material components, etc.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DESCRIPTION OF DRAWINGS

---

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is the sectional view showing the hammer mill equipment used for this invention.

[Drawing 2] It is the transparency perspective view expanding and showing the pulverization chamber of the hammer mill equipment shown in drawing 1 .

[Drawing 3] It is drawing showing the example of 1 configuration of the melt spinning equipment (single roll equipment) which may be used suitable for this invention.

[Drawing 4] It is the graph which plotted the value which broke by AUW of the hammer before grinding initiation the weight of the hammer of the hammer mill equipment used for grinding to the amount of grinding.

[Drawing 5] It is the graph which shows the particle size distribution (continuous line) in the time of the amount of grinding being 10kg, and the particle size distribution (broken line) in the time of 50kg about the example of this invention.

[Drawing 6] It is the graph which shows the particle size distribution (continuous line) in the time of the amount of grinding being 10kg, and the particle size distribution (broken line) in the time of 50kg about the example of a comparison.

[Description of Notations]

1 Dissolution Room

2 Quenching Room

3 Fusion Furnace

4 Hot-Water-Storing Container

5 Tapping Nozzle

6 Funnel

7 Rotation Cooling Roller

1a, 2a, 8a Flueing opening

10 Hammer Mill Equipment

12 Hammer

13 Shank Material  
14 Rotating Disk  
16 Revolving Shaft  
18 Lining  
19 Screen

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

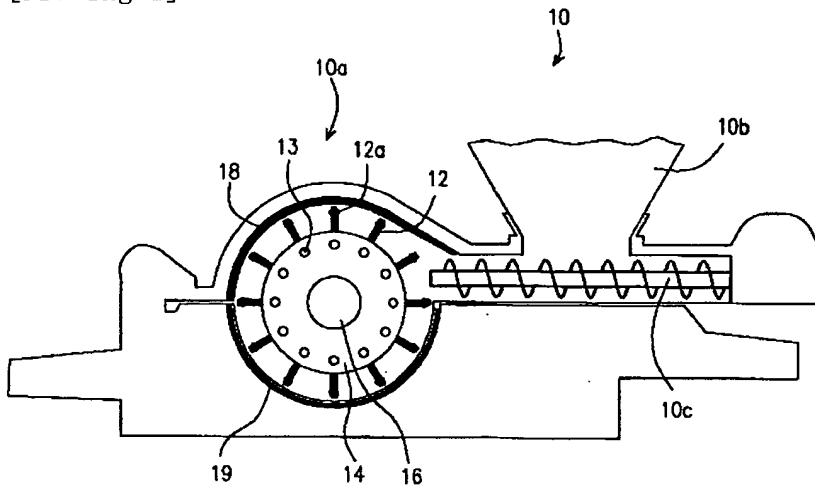
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

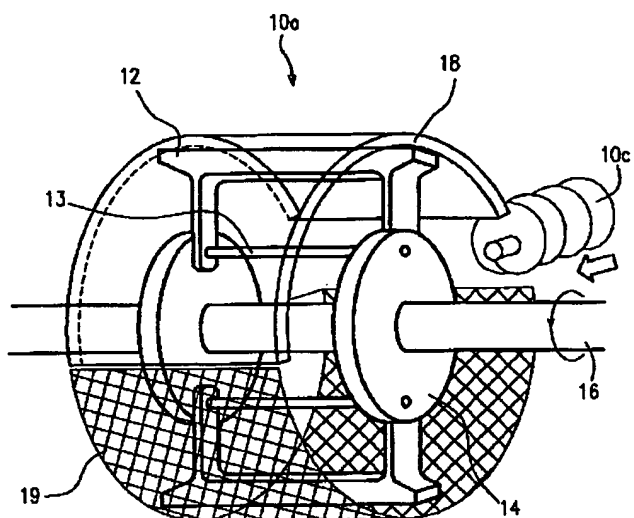
DRAWINGS

---

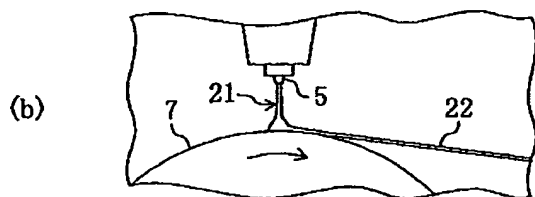
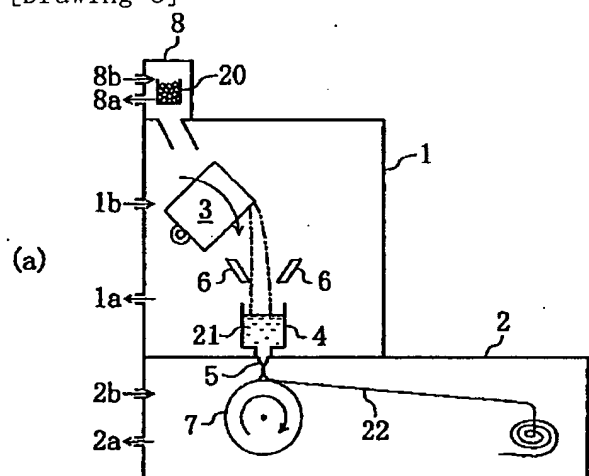
[Drawing 1]



[Drawing 2]

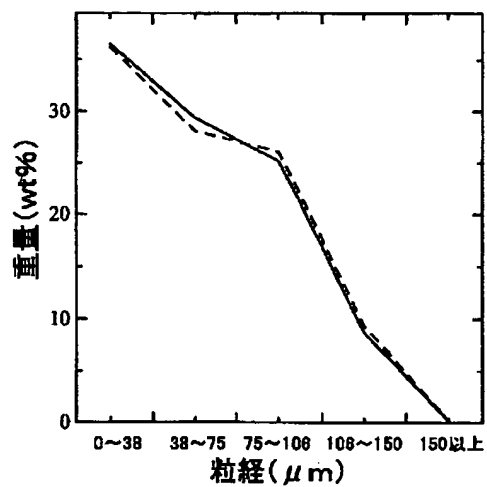


[Drawing 3]

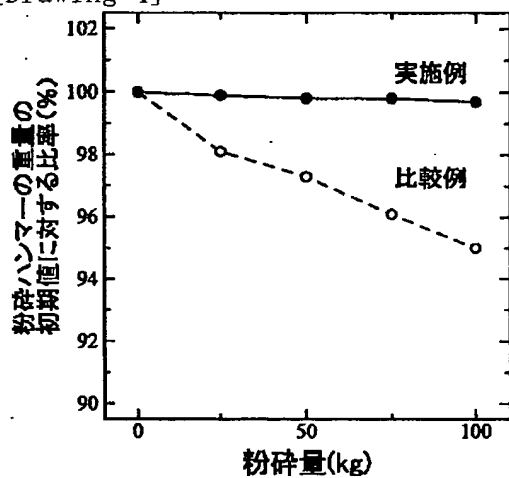


[Drawing 5]

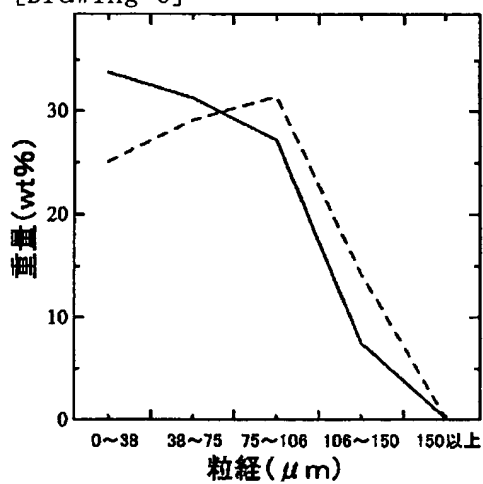




[Drawing 4]



[Drawing 6]



[Translation done.]